

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2000-265159

(43)Date of publication of application : 26.09.2000

(51)Int.Cl.

C09K 3/14
B24B 37/00
G11B 5/31
G11B 5/60

(21)Application number : 11-068281

(71)Applicant : TOKYO MAGNETIC PRINTING
CO LTD
TDK CORP

(22)Date of filing : 15.03.1999

(72)Inventor : SUZUKI YASUYUKI
KAKU TOSHIHIRO
ORII KAZUYA
FUJITA YASUTOSHI
YAMAGUCHI MASAO
SASAKI MASAHIRO

(54) FREE ABRASIVE POLISHING SLURRY COMPOSITION

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain the subject composition which is suitable for use in a working process in which composite materials mixed with materials with different hardness from one another are uniformly shaved without generating selective polishing, by including abrasive particles, a specific antiabrasive and a dispersion medium.

SOLUTION: This composition is obtained by including (A) 0.01-1.0 wt.%, preferably 0.05-0.4 wt.% of abrasive particles, (B) ≥ 0.1 wt.%, preferably ≥ 0.5 wt.%, more preferably Si 1.0 of an antiabrasive except sulfur-containing organomolybdenum, (C) a dispersion medium, and (D) a surfactant, a polymeric surface modifier, a coupling agent, etc., as required. The component A is e.g. diamond, alumina, silicon carbide, cerium oxide, silicon oxide, iron oxide. The component B is e.g. a phosphate ester, metal dithiophosphate, phosphate ester amine salt, sulfur-based compound. The component C is preferably a non-aqueous solvent, more preferably a non-polar solvent with low polarity.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 20.02.2006

[Date of sending the examiner's decision of

rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

* NOTICES *

JPO and NCIPi are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. **** shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

CLAIMS

[Claim(s)]

[Claim 1] The loose grain polish slurry constituent which is a loose grain polish slurry constituent for grinding the composite material with which a different degree-of-hardness ingredient is intermingled, and contains an abrasive material particle, an antifriction agent (except for sulfur-containing organic molybdenum), and a dispersion medium.

[Claim 2] Furthermore, the constituent according to claim 1 which is chosen from the group which consists of a surfactant, a macromolecule system surface treatment agent, and a coupling agent and which contains a kind at least.

[Claim 3] The constituent according to claim 1 or 2 with which said antifriction agent contains sulfur or Lynn in the chain.

[Claim 4] A constituent given in any 1 term of claims 1-3 whose additions of said antifriction agent are 0.1 % of the weight or more.

[Claim 5] The polish approach of the thin film magnetic head are the manufacture approach of a thin film magnetic head including the process which performs polish processing of the air bearing side of the thin film magnetic head, and the becoming field, and using a loose grain polish slurry constituent with said polish processing given in any 1 term of claims 1-4.

[Translation done.]

*** NOTICES ***

JPO and NCIPi are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. **** shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

DETAILED DESCRIPTION

[Detailed Description of the Invention]

[0001]

[Field of the Invention] This invention relates to the loose grain polish slurry constituent suitable for using it at the processing process deleted to homogeneity, without producing the difference of the amount of polishes between the composite material which consists of two or more different degree-of-hardness ingredients with which degrees of hardness differ, i.e., selection polish.

[0002]

[Description of the Prior Art] In recent years, to an optic, electronic parts, a precision machine vessel part article, etc., advanced features and high performance-ization are required increasingly and the ingredient currently used is also dramatically various with a metallic crystal ingredient, the ceramics, glass, and plastics. Therefore, the polish application of the components which consist of two or more ingredients with which degrees of hardness differ is increasing. As an example of polish processing of such a composite material, end-face polish of a fiber-optic connector etc. is mentioned about electronic parts with homogeneity processing and the optic of the wiring metal and interlayer insulation film in the multilayer-interconnection process of LSI.

[0003] Moreover, improvement in the recording density is measured every year, the hard disk drive which is the record medium of a computer narrows the floatation clearance between a hard disk and the magnetic head as one means to attain high recording density, and low floatation-ization of the so-called head which reduces the spacing between a disk/head is tried. It consists of composite material by the ceramics which the magnetic head carried in the hard disk drive has the thin film mold magnetic head in use, and serves as base materials, such as ARUTIKKU (aluminum₂O₃-TiC), the metal membrane which are magnetic materials, such as a permalloy (Fe-nickel) and Sendust (Fe-aluminum-Si), (drawing 2).

[0004] Moreover, the present floatation mold magnetic head is the logging process (the wafer with which many magnetic exchange components were formed in the shape of a matrix as this bar was shown in drawing 1 is cut) of the :1. bar currently generally manufactured at the following processes. two or more sliders are arranged in the shape of a train. Wrapping processing of a process (refer to drawing 3) and 3. bar in which 2. bar is pasted up on a processing fixture (with refer to drawing 4 and wrapping processing) polish processing of ABS of a slider which is made to rotate the surface plate which made tin etc. the charge of a principal member as shown in drawing 4 , and is performed while setting a ground object and supplying a loose grain polish slurry constituent etc. on this is said. The process and 5. rail etching process of exfoliating a bar from 4. processing fixture, and the process which carries out cutting separation of the 6. bar at a slider.

In these processes, this invention relates to the polish in wrapping processing of 3. bar.

[0005] When performing polish processing of ABS of the thin film magnetic head which is the composite material of the ceramics and a metal membrane using the conventional loose grain polish slurry constituent, it was almost the case which metal membranes which are the elasticity ingredients currently used for the magnetic pole section, such as a permalloy and Sendust, are selectively processed by the difference in the degree of hardness between ingredients, and a level difference generates by it. From ABS which consists of ceramics, metal membranes, such as the magnetic pole section, are made to retreat, the so-called pole chip recession (Pole Tip Recession:PTR) which increases magnetic spacing with a record medium occurs, and selection polish of the charge of a

magnetic pole member constituted by metal membranes, such as this permalloy, Sendust, etc., increases the flying height of a substantial head.

[0006] Although lubricant has been used in order to grind conventionally the composite material with which a different degree-of-hardness ingredient is intermingled, this lubricant is divided roughly into three of extreme pressure additives, such as antifriction agents, such as an oily agent which are generally fatty acids, such as 1 stearin acid and oleic acid, 2 phosphoric ester, and Zn-DTP, and a 3 organic Mo compound, from the mechanism of action of the lubrication effectiveness to a ground object. Among these, in an oily agent, also in severe polish conditions on which the lubrication effectiveness disappears, an antifriction agent reduces friction, in order that the effectiveness may maintain. In a low - high load and a high temperature service, the lubricating film by the try dotage MIKARU reaction on the front face of friction is formed, and friction is reduced (331 Seiichiro Hironaka; the mechanism of action of a lubricating oil additive, plastic-working symposium, 33- 43, 1994, R.J. Hartleys; an antifriction agent and an extreme pressure agent, a tribology strike, 326- 1995).

[0007] The frictional heat generated in a friction surface decomposes, and the compound which contains sulfur in a chain among such antifriction agents forms the coat of the minerals which consist of a sulfide between ground objects, and maintains lubricating properties. The antifriction agent which includes Lynn in a chain similarly forms the coat of the minerals which decompose with the frictional heat generated in a friction surface, and consist of a phosphide or a phosphorylation object between ground objects. Also in the compound including Lynn, a phosphite system is hydrolyzed with frictional heat and it is thought that an inorganic coat is formed. (194 Omori men of ability; the adsorption in the iron front face of the Lynn system extreme pressure additive, a reaction (the 2nd news), a tribology strike, 188- 1990) .

[0008] A compound including both sulfur and Lynn also has the same effectiveness as the compound contained independently, respectively (34 Masafumi Mashiko; the chemistry of lubricant, the foundation in physics and tribology, application, 15- 1996). Since the coat of these minerals is chemisorbed with the ground object, compared with physical adsorption of an organic molecule, adsorption power exists in stability to an elevated temperature strongly. Since big energy is required to remove an inorganic coat, unless it is polish conditions severe like it removes an inorganic coat, it is known that the lubrication effectiveness over a ground object will be maintained (642 Toshio Sakurai; lubrication, the chemistry of wear and lubrication, 635- 1982).

[0009] Moreover, sulfur-containing organic molybdenum is studied as an antifriction agent (P. C.H.Mitchell"Oil Soluble Mo-S Compounds as Lubricant additive"Wear, -300, 100 (1984) 281 editing [Okabe Taira / Hachiro] "petroleum product additive development-and latest technique" CMC (1998) p99 - 106 grades), and sulfur-containing organic molybdenum is examined as lubricant for grinding the composite material with which a different degree-of-hardness ingredient is intermingled (Japanese Patent Application No. 10-255022). Thus, although the effectiveness of an antifriction agent is generally known widely, these antifriction agents are conventionally used for the application which reduces friction of slide sides, such as a machine part, for example, a gear, and a turbine. Conventionally, the load which joins polish of composite material, such as the thin film mold magnetic head which consists of different degree-of-hardness ingredients, is farther [than the load which joins slide sides, such as a gear,] low. Therefore, homogeneity processing was not completed, although it was possible to have processed the polished surface of composite material even if it did not use a wear-proof agent. Therefore, an antifriction agent is added to a loose grain slurry constituent like this invention, and it is not applied to selection polish prevention of the composite material which consists of different degree-of-hardness ingredients at a success flesh side.

[0010]

[Problem(s) to be Solved by the Invention] The object of this invention is offering the loose grain polish slurry constituent suitable for using it at the processing process deleted to homogeneity, without producing the difference of the amount of polishes between different degree-of-hardness ingredients of the composite material with which a different degree-of-hardness ingredient is intermingled, i.e., selection polish. Moreover, it is offering the polish approach using the loose grain polish slurry constituent and it which process homogeneity, without generating a scratch for the ABS

side of the thin film mold magnetic head in polish processing of the thin film mold magnetic head.

[0011]

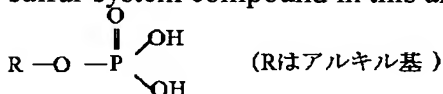
[Means for Solving the Problem] The theme of this invention is a loose grain polish slurry constituent for grinding the composite material with which a different degree-of-hardness ingredient is intermingled. An abrasive material particle, an antifriction agent (sulfur-containing organic molybdenum is removed.) And the loose grain polish slurry constituent containing a dispersion medium and also a surfactant, They are said constituent which is chosen from the group which consists of a macromolecule system surface treatment agent and a coupling agent and which contains a kind at least, said constituent with which said antifriction agent contains sulfur or Lynn in the chain, and said constituent whose addition of said antifriction agent is 0.1 % of the weight or more at a list. Furthermore, the theme of this invention is the manufacture approach of a thin film magnetic head including the process which performs polish processing of the air bearing side of the thin film magnetic head, and the becoming field, and said polish processing is the polish approach of the thin film magnetic head using said loose grain polish slurry constituent.

[0012] By using such a loose grain polish slurry constituent, in the phase which grinds the composite material with which a different degree-of-hardness ingredient is intermingled, the ratio of the part which solid-state contact has generated will be reduced, and coefficient of friction of the ground object front face where a degree of hardness is low will be lowered selectively. That is, by making small the amount of clearances of construction material with the low degree of hardness which processing clearance is easy to be carried out, it becomes possible to process homogeneity, without producing the difference of the amount of polishes between different degree-of-hardness ingredients.

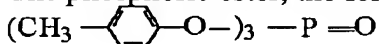
[0013]

[Embodiment of the Invention] The slurry of this invention is a loose grain polish slurry constituent containing an abrasive material particle, an antifriction agent, and a dispersion medium. Each component is explained below. An antifriction agent has the effectiveness of raising the polish engine performance of a loose grain slurry, and especially the antifriction agent containing sulfur and a Lynn independent, or both improves the friction property in boundary lubrication. The lubricating film by the try dotage MIKARU reaction on the front face of friction is formed by the low - inside load and the high temperature service, and, specifically, friction is reduced.

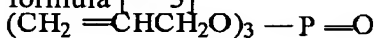
[0014] There are phosphoric ester, a metal dithiophosphate salt, a phosphoric ester amine salt, and a sulfur system compound in this antifriction agent. As phosphoric ester, it is a formula [** 1].



The phosphoric ester, the formula [** 2] which are come out of and expressed

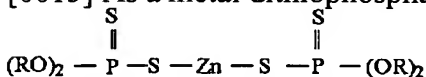


The tricresyl phosphate (TCP) and phosphorous acid TORIKUREJIRU (TCPi) which are come out of and expressed, triphenyl phosphate (TPP), phosphoric-acid diphenyl (DPP), phosphorous acid triphenyl (TPPi), phosphorous acid diphenyl (DPPi), phosphoric-acid cresyl diphenyl (CDP), a formula [** 3]

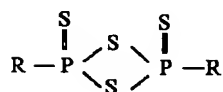


It comes out, there are a phosphoric-acid triaryl expressed, a phosphoric-acid trio rail, and molybdenum phosphoric ester, and phosphoric ester (R of a top type is an alkyl group), tricresyl phosphate, and a phosphoric-acid triaryl are desirable.

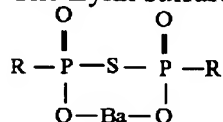
[0015] As a metal dithiophosphate salt, it is a formula [** 4].



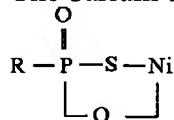
The dithiophosphate zinc (Zn-DTP), the formula [** 5] which are come out of and expressed



The Lynn sulfuration polyolefine, the formula [** 6] which are come out of and expressed

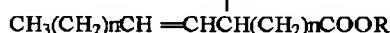


The barium thio pyrophosphate, the formula [** 7] which are come out of and expressed



It comes out, there are nickel thio phosphate expressed, dithiophosphate nickel (nickel-DTP), dithiophosphate cobalt (Co-DTP), etc., and dithiophosphate zinc (Zn-DTP), the Lynn sulfuration polyolefine, barium thio pyrophosphate, and nickel thio phosphate are desirable.

[0016] As a sulfur system compound, it is a formula [** 8].



It comes out, there are the sulfuration fatty acid ester expressed, a sulfuration isobutylene, a sulfuration SUPAMU oil, a sulfuration terpene, a sulfuration incense oil, diphenyl monosulfide (DPMS), diphenyl disulfide (DPDS), etc., and sulfuration fatty acid ester is desirable. In these antifriction agent, phosphoric ester and a metal dithiophosphate salt are desirable, and dithiophosphate zinc, phosphoric ester (R of a top type is an alkyl group), tricresyl phosphate, and a phosphoric-acid triaryl are more desirable especially.

[0017] These antifriction agents have the effectiveness which prevents wear and seizure also under a high load and a high temperature service, in order to form an inorganic coat between ground objects. These antifriction agents can use a simple substance or two or more sorts of mixing according to a desired polish property. the concentration of an antifriction agent -- more than 0.1wt% -- desirable -- more than 0.5wt% -- it is more than 1.0wt% more preferably. 0. There are few additives which act on a ground object by low concentration from 1wt%, and it is difficult to grind two or more different degree-of-hardness ingredients to homogeneity.

[0018] Although the dispersion medium used by this invention will not be limited if it is a solvent which dissolves an antifriction agent, since metal membranes, such as a permalloy which is a component, and Sendust, generally generate corrosion and rust weakly to water in using for the thin film mold magnetic head, it is desirable to use a nonaqueous solvent as a dispersion medium, and it is desirable to use a polar weak nonpolar solvent further. Here, the polarity of a dispersion medium is a property based on the dipole produced in intramolecular in the semantics used ordinarily with the atom of solvent intramolecular, the class of the association and atomic arrangement, its location, etc. This polar magnitude is relatively decided by the polarity of the molecule which interacts. The polarity of a solvent is qualitatively expressed with the soluble parameter (sp value) delta value of Hildebrand. A polarity is so large that this value delta is large, and a polarity is as small as a small thing. Although this delta value is further divided into some by intermolecular interactions, such as orientation by distribution and the polarity, and hydrogen bond, these values determine the selectivity of the dissolution to a compound what kind of compound that solvent melts well.

[0019] The organic solvent suitable for the dispersion medium of the loose grain polish slurry polish liquid of this invention has a desirable thing with this low delta value. This is because the odor of a dispersion medium becomes a problem when a polar component increases, or the dispersion medium itself has an adverse effect to the body or a ground object. Furthermore, by this invention, evaporation of the polish slurry under polish processing is abolished, and in order to perform stable polish processing, the solvent with the slow vapor rate of a dispersion medium is suitable. The

dispersion medium with this quick [a vapor rate] is because a dispersion medium evaporates during a polish activity and stable polish processing becomes difficult. A soluble parameter sp value is [8.0 or less] suitable, and 2.0 or less thing is more preferably suitable [as for the dispersion medium used for this invention] from these things, for relative velocity 5.0 or less preferably 10.0 or less.

There are PEGASORU which is for example, the product made from Exxon Chemistry, no odor isoparaffin system solvent: Isopar series and low smell naphthene solvent: EXXSOL series, the n-paraffin series solvent: White REXX series made from the Mobile chemistry, and an industrial use aliphatic series system solvent as these dispersion media, PEGAHOOWAITO, SATO REXX, etc.

[0020] The abrasives particle used for this invention can be used without being limited especially if used for general polish processing. Specifically, a diamond, an alumina, silicone carbide, cerium oxide, silicon oxide, an iron oxide, etc. are mentioned. Although an abrasives particle can be set as arbitration with a degree of hardness, a composite-material kind, the amount of polish clearances, polish machined surface precision of a ground object, etc., in wrapping processing of the thin film magnetic head, generally, 0 - 1/10 micrometer, 0 - 1/8 micrometer, 0 - 1/4 etc. micrometer of 1 micrometer or less of diamond particle abrasives 0.5 micrometers or less, etc. are more preferably used for name grain size. Moreover, the concentration in the slurry constituent of an abrasives particle has about 0.05 - 0.4 preferably common % of the weight, and it is necessary to make it prepare in consideration of polish efficiency or polish precision about 0.01 to 1.0% of the weight.

[0021] In order to make a stable dispersed system from the condition of fine particles, the wettability in ** / liquid junction side must be good. Although wettability means the phenomenon in which a liquid pushes away a gas from a solid-state front face here, since air is sticking to the front face of dry fine particles strongly, a liquid needs to permute this. Moreover, in order to improve wettability, the thing which has both polarity and the chemical structure near [compatibility] becomes large that what is necessary is just to strengthen the chemical compatibility of **/liquid. It is possible for a hydrophilic property to be shown since polar functional groups, such as a surface hydroxyl group, exist, and to distribute it easily, since wettability is good for the particle front face used for an abrasives particle in a polar solvent with a high delta value like water. However, since it is a nonpolar solvent, in order to make homogeneity distribute the abrasives which are hydrophilic particles in a nonpolar solvent, the dispersion medium used by this invention must raise the compatibility of a particle front face and a dispersion medium, and needs to perform hydrophobing processing.

[0022] In order to carry out hydrophobing processing of the particle front face, surface treatment agents, such as a surfactant, a macromolecule system surface treatment agent, and a coupling agent, may be added to the loose grain polish slurry constituent of this invention. It uses that the approach using a surfactant is amphiphile with which a surfactant has a polar group (= hydrophilic group) strong against a hydrophobic long hydrocarbon chain and a hydrophobic long end in a molecule. In order to turn outside the hydrocarbon chain which is hydrophobicity by the interaction of the particle front face which is a hydrophilic property, and the polar group of a surfactant and to adsorb, the front-face nature of the grain child who sees on the whole changes from a hydrophilic property to hydrophobicity, and it becomes possible to exist in stability, without sedimenting in a nonpolar solvent.

[0023] When using a surfactant for this invention, the surfactant must dissolve in a nonpolar solvent and such a surfactant has that common in which it has a double bond and a triple bond in the molecule frame, or branching exists. It is desirable to use [rather than] a nonionic surfactant preferably using the ionic surfactant which can cause corrosion etc. to the magnetic section of the magnetic head. The mono-oleic acid sorbitan which is a sorbitan fatty acid ester system as such a surface active agent, for example, As sorbitan sesquioleate, triolein acid sorbitan, and a glycerol ester system, pen Tao lane acid decaglyceryl, Penn Tyne stearin acid decaglyceryl, triolein acid decaglyceryl, Pen Tao lane acid hexa glyceryl, mono-isostearic acid glyceryl, The tetra-oleic acid polyoxyethylene sorbitol which is a polyoxyethylenes sorbitol fatty-acid-ester system, such as monoisostearate diglyceryl, There are the POE(2) oleyl ether, the POE(3) 2nd class alkyl ether, etc. which are monochrome oleic acid polyethylene-glycol 2EO, 6EO, and the polyoxyethylene-alkyl-ether system which are a polyethylene-glycol-fatty-acid-ester system.

[0024] Although the surfactant concentration used for this invention changes with the front-face

nature and the surfactants of an abrasives particle which are used for a particle that what is necessary is just more than the concentration that causes saturation adsorption, its 0.01 % of the weight or more is desirable. Moreover, generally it is used at 50 or less % of the weight. It is to become difficult [this] for surfactants to use a canal-canal interaction compared with a drainage system, since the amount of adsorption of the surfactant in an eye is still smaller, and to carry out bilayer adsorption in a nonpolar solvent, and for front-face nature not to change with the addition concentration of a surfactant like a drainage system.

[0025] The end of a polymer sticks to a macromolecule system surface treatment agent to an interface strongly, and polymer brushes which other parts elongate in a solvent, such as Pori (2-vinylpyridine)-polystyrene (PVPy-PS) and the Pori (2-vinylpyridine)-polyisoprene (PVPy-PIS), are mentioned to it. These stick to a particle front face and form a thick adsorption layer. By this thick adsorption layer, it uses preventing access of particles in steric hindrance.

[0026] In a coupling agent, moreover, vinyl trichlorosilan, a vinyl tris (beta-methoxyethoxy) silane, vinyltriethoxysilane, vinyltrimetoxysilane, and gamma- (methacryloxypropyl -- 9 trimethoxysilane) beta-(3, 4-epoxycyclohexyl) ethyltrimethoxysilane, Gamma-glycidoxypopyltrimethoxysilane, gamma-glycidoxypopylmethyldietoxysilane, N-beta-(aminoethyl) gamma-aminopropyl trimethoxysilane, N-beta-(aminoethyl) gamma-aminopropyl methyl dimethoxysilane, gamma-aminopropyl triethoxysilane, N-phenyl-gamma-aminopropyl trimethoxysilane, Silane coupling agents, such as gamma-mercapto propyltrimethoxysilane and gamma-chloropropyltrimethoxysilane, Isopropylisostearoyl titanate, isopropyl tridodecyl benzenesulphonyl titanate, Isopropyl tris (dioctylpyrophosphate) titanate, Tetra-isopropyl bis(dioctyl phosphite) titanate, tetra-octyl bis (JITORIDE sill phosphite) titanate, Tetrapod (2 and 2-diaryl oxymethyl-1-butyl) bis (JITORIDESHIRU) phosphite titanate, Bis(dioctylpyrophosphate) oxy-acetate titanate (PUREN act KR138 by Ajinomoto Co., Inc. S), Bis(dioctylpyrophosphate) OECHIREN titanate, isopropanal PIRUTORI octanoyl titanate, Isopropyl dimethacryl isostearoyltitanate, isopropyl ISOSUTEAROIRUJI acrylic titanate, Isopropanal PIRUTORI (dioctyl phosphate) titanate, isopropyl TORIKUMIRU phenyl titanate, Isopropanal PIRUTORI (N-amide ethylamino ethyl) titanate, JIKUMIRU phenyloxy acetate titanate, Titanate system coupling agents, such as JISO stearoyl ethylene titanate, Aceto alkoxy aluminum JISOPUROIPIRETO (PUREN act aluminum-M by Ajinomoto Co., Inc.), Organic aluminium system coupling agents, such as an aceto alkoxy JISOPUROIPI rate, iso BUCHIROKISHIDO, 2-OKUTADE siloxide, and 2-ethylhexyl isopropoxide, etc. are mentioned. Although the concentration of the macromolecule system surface treatment agent used for this invention or a coupling agent changes with the front-face nature of the abrasives particle to be used etc., its 0.01 % of the weight or more is desirable. Moreover, generally it is used at 50 or less % of the weight. By the approach using these, it uses combining the surface functional group and surface treatment agent in a particle front face by the chemical reaction, and changing the front-face nature of a particle from a hydrophilic property to hydrophobicity. If hydrophobing processing is hydrophobing processing which it is not limited [processing] to the above-mentioned approach and makes homogeneity distribute the abrasive material particle which is a hydrophilic property in a nonpolar solvent, it may use any processings.

[0027] The manufacture approach of the loose grain polish slurry constituent of this invention can apply the manufacture approach of a common loose grain polish slurry constituent. That is, the optimum dose dissolution of the surfactant is carried out at a dispersion medium, and optimum dose mixing of the abrasives particle is carried out. In this condition, since an abrasives particle is a hydrophilic property, it exists by the state of aggregation in a nonpolar solvent. Then, a particle is distributed in order to crack the condensed abrasives particle to a primary particle. At a distributed process, the general distributed approach and distributed equipment can be used. Specifically, an ultrasonic disperser, various bead mill dispersers, a kneader, a ball mill, etc. are applicable. Distributed stability becomes possible [preparing a good slurry], without condensing by a surfactant's sticking to the front face which the particle was cracked to the primary particle by the activity of distributed equipment, and appeared by it, and improving wettability.

[0028] The ground object of this invention is a composite material with which the different degree-of-hardness ingredient of 700-4000 is mainly intermingled [Hv degree of hardness] by the charge of soft wood and Hv degree of hardness of 26-360. The charge of soft wood and the charge of

hardwood which are included here may be one kind or plural, respectively. Especially this charge of soft wood is a metal. For example, Ti (Hv degree of hardness: 60), Pb (Hv degree of hardness: 37), Ag (Hv degree of hardness: 26), W (Hv degree of hardness: 360), V (Hv degree of hardness: 55), Nb (Hv degree of hardness: 80), Ta (Hv degree of hardness: 355), Pd (Hv degree of hardness: 38), Cr (Hv degree of hardness: 130), Ru (Hv degree of hardness: 350), Cu (Hv degree of hardness: 117), Pt (Hv degree of hardness: 39), Mo (Hv degree of hardness: 160), Th (Hv degree of hardness: 38), nickel (Hv degree of hardness: 60), Sendust (Fe-aluminum-Si, Hv degree of hardness: 600), a permalloy (Fe-nickel, Hv degree of hardness: 200), and aluminum (Hv degree of hardness: 200) are mentioned. The charges of hardwood are the ceramics, glass, etc. For example, quartz glass (Hv degree of hardness: 620), ARUTIKKU (Hv Degree-of-hardness: aluminum₂O₃-TiC, 2500), TiC (Hv degree of hardness: 3200), AlN (Hv degree of hardness: 1370), Si₃N₄ (Hv degree of hardness: 2160), ZrO₂ (Hv degree of hardness: 700), cBN (Hv degree of hardness: 4000), SiO₂ (Hv degree of hardness: 620), SiC (Hv degree of hardness: 2400), hBN (Hv degree of hardness: 4700), AlTiC (Hv degree of hardness: 2500), aluminum 2O₃ (Hv degree of hardness: 2000), Si₃N₄ (Hv degree of hardness: 2160), AlN (Hv degree of hardness: 1370) and MgO (Hv degree of hardness: 920), and B₄C (Hv degree of hardness: 3200) and TaN (Hv degree of hardness: 1080) are mentioned. Moreover, especially, when a ground object is the thin film magnetic head, this ground object becomes the structure where different degree-of-hardness ingredients, such as ARUTIKKU as shown in drawing 2, Sendust, a permalloy, and an alumina, are intermingled.

[0029] The measuring method of hard Vickers hardness (Hv degree of hardness) is specified to JIS Z2251. It computes using a degree type from a test load when a pair face angle specifically attaches an impression to a test piece using the diamond forward rectangular-head drill indenter which is 136 degrees, and the surface area for which it asked from the diagonal line die length of an impression.

[Equation 1]

$HV=0.102(F/S)=0.102-(2F\sin\theta/2)/d^2=0.18909 F/d^2$ -- here -- in a test load (N) and S, the surface area of an impression and D express the average (mm) of the die length of the diagonal line of an impression, and theta expresses [HV / Hv degree of hardness and F] the pair face angle of a diamond indenter. In addition, the criteria piece from which the testing machine of Hv degree of hardness is set to JIS B7725 with the criteria of a degree of hardness is determined as steel (JIS G4401, JIS G4805), the product made from brass (JIS H3100), and copper (JIS H3100), respectively. Moreover, the parallelism of the mirror plane for 0.1s, the front face of a criteria piece, and a rear face is determined for the surface roughness of the activity range of a criteria piece as 0.02mm or less per 50mm by JIS B0621 (a definition and display of a configuration and the precision of a location) by JIS B0601 (surface roughness).

[0030]

[Example] Examples 1-8 and one to example of comparison 3 this example examined the addition effectiveness of the lubricant at the time of carrying out polish processing of the thin film mold magnetic head constituted by ARUTIKKU, Sendust, and the permalloy. The presentation of the loose grain polish slurry constituent used for this example is shown in a table 1. The mono-oleic acid sorbitan (the Kao Corp. make, SP-O10) which is a nonionic surfactant as a surface active agent was used using Isopar M which is a nonpolar solvent as a dispersion medium.

[0031] Dithiophosphate zinc (Asahi Denka Kogyo, Z-112), the Lynn sulfuration polyolefine (Nippon Oil & Fats, ADDITIN), barium thio pyrophosphate (Japanese ruble ZORU, LUBRIZOL), nickel thio phosphate (tiba specialty chemical, IRUGARUBU), tricresyl phosphate (Kanto chemistry (reagent)), a phosphoric-acid triaryl (Kanto chemistry (reagent)), phosphoric ester (Toho Chemical Industry, PHOSPHANOL), and sulfuration fatty acid ester (the Dainippon Ink chemistry, Mobiladce DO) were used as lubricant (antifriction agent). Moreover, the trial with the same said of the slurry which is not using lubricant (antifriction agent), and the slurry which added the oleic acid (Wako Pure Chem (reagent)) and the macadamia-nuts oil (daylight chemicals (reagent)) which are an oily agent as lubricant was performed for the comparison.

[0032] In a polish experiment, they are a product made from Japanese ENGISU, and the automatic precision wrapping machine HYPEREZ. EJ-3801 N type was used. Polish conditions set [at the lapping machine] tin / lead surface plate, surface plate rotational-speed 60rpm, and the slurry polish liquid amount of supply as for [fuel-spray and processing load 1300 g/cm² and floor-to-floor-time]

30 minutes for 3 seconds at 30-second interval. Assessment of a polish property measured the level difference between the alumina titanium carbide / metal membrane of the thin film MAG mold head after polish processing, i.e., a pole chip recession value, (PTR value) under the scanning probe microscope (AFM). Although this PTR value changes also with military requirements, generally especially 5nm or less about 10nm or less is considered to be good. Moreover, assessment of a scratch used AFM and a differential interference light study microscope. A test result is summarized in a table 1.

[0033]

[A table 1]

組成 (重量%)	実施例1	実施例2	実施例3	実施例4	実施例5	実施例6	実施例7	実施例8	比較例1	比較例2	比較例3
ダイヤモンド研磨剤	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1
界面活性剤 (SP-010)	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0
リン酸化ポリオレフィン	10.0	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
ジチオリン酸亜鉛	-	10.0	-	-	-	-	-	-	-	-	-
バリウムチオピロホスフェート	-	-	10.0	-	-	-	-	-	-	-	-
ニッケルチオホスフェート	-	-	-	10.0	-	-	-	-	-	-	-
リン酸エステル	-	-	-	-	10.0	-	-	-	-	-	-
リン酸トリクレジル	-	-	-	-	-	10.0	-	-	-	-	-
リン酸トリアリル	-	-	-	-	-	-	10.0	-	-	-	-
硫化脂肪酸エステル	-	-	-	-	-	-	-	10.0	-	-	-
オレイン酸	-	-	-	-	-	-	-	-	10.0	-	-
マカデミアナッツ油	-	-	-	-	-	-	-	-	-	10.0	-
分散媒 (アイソパーM)	88.9	88.9	88.9	88.9	88.9	88.9	88.9	88.9	88.9	88.9	88.9
スクラッチ評価	良好	良好	良好	良好	良好	良好	良好	良好	良好	不可	不可
PTR値 (nm)	3.97	3.40	3.93	4.01	3.82	4.00	4.12	3.97	5.98	6.67	10.64

Each PTR value of the thin film mold magnetic head ground from the result of this example using the antifriction agent including sulfur and/or Lynn became lower than the time of using additive-free [which are an example of a comparison / the oleic acid, the macadamia nuts, and additive-free], and has ground more the thin film mold magnetic head which consists of composite material with which degrees of hardness differ to homogeneity.

[0034] Example 9 this example evaluated about the effective addition of the antifriction agent in a loose grain polish slurry constituent. The addition was changed using dithiophosphate zinc as an antifriction agent. It carried out like [abrasion test] the example 1. The formula of the used slurry and a result are shown in a table 2.

[0035]

[A table 2]

添加量 (wt%)	0.001	0.005	0.01	0.05	0.075	0.1	0.5	1	5	10	50	80
PTR(nm)	10.50	9.23	7.73	5.11	4.02	3.82	3.83	3.79	3.85	3.82	3.77	3.81

[0036] the antifriction agent which contains both sulfur and Lynn from the result of an example -- 0.075wt(s)% -- it sets [a PTR value] to 5nm or less and was good by adding. Moreover, the PTR value was stabilized by carrying out the addition of an antifriction agent more than 0.1wt%. From this, when the addition was more than 0.1wt%, the composite material which consists of different degree-of-hardness ingredients was processible into homogeneity.

[0037]

[Effect of the Invention] the inside of a loose grain slurry constituent from the result of these examples -- sulfur and Lynn -- independent or the antifriction agent both contained -- more than 0.1wt% -- uniform polish processing which prevented selection polish of the elasticity ingredient which generates the composite material with which degrees of hardness differ by the hardness difference between ingredients was attained by adding. As mentioned above, although this invention described polish processing of the thin film magnetic head which mainly consists of a different degree-of-hardness ingredient, the application of the loose grain polish slurry constituent of this invention is widely applicable to prevention of selection polish of the composite material which consists of ingredients of a degree of hardness which does not remain in this and is different.

[Translation done.]

* NOTICES *

JPO and NCIPi are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

- 1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.**** shows the word which can not be translated.
- 3.In the drawings, any words are not translated.

DESCRIPTION OF DRAWINGS

[Brief Description of the Drawings]

[Drawing 1] The bar cut down from the wafer in case a ground object is a magnetic-head component is shown.

[Drawing 2] It is the A-A sectional view of the bar of drawing 1 in which an example of the configuration of a magnetic-head component is shown.

[Drawing 3] It is the perspective view showing signs that the bar was pasted up on the processing fixture.

[Drawing 4] It is the perspective view showing an example of wrapping processing of a bar.

[Description of Notations]

- 1 ARUTIKKU (Aluminum 2O3, TiC)
- 2, 4, 6, 8, 10 Alumina (aluminum 2O3)
- 3 Sendust (Fe-aluminum-Si)
- 5 MR Component
- 7 Nine Permalloy (Fe-nickel)
- 11 Copper

[Translation done.]

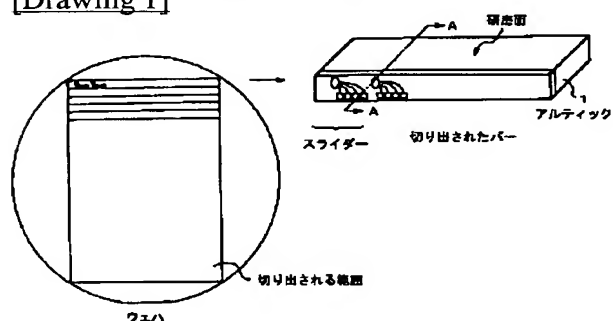
* NOTICES *

JPO and NCIPi are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

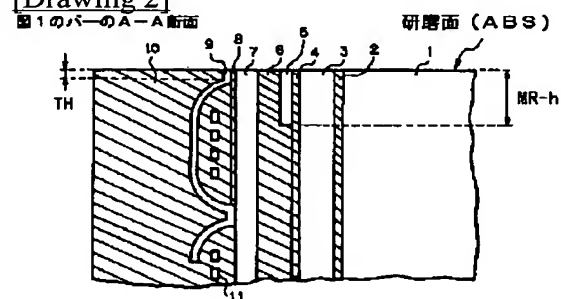
1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. **** shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

DRAWINGS

[Drawing 1]

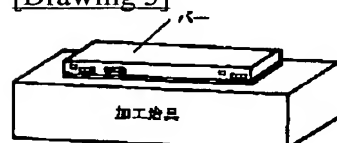


[Drawing 2]

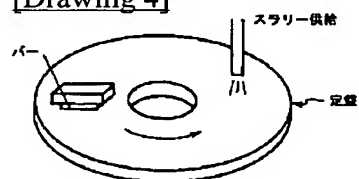


- 1: アルティック (Al₂O₃-TiC) 2: アルミナ (Al₂O₃) 3: センダスト (FeAlSi)
 4: アルミナ 5: 珪素 6: アルミナ 7: パーマロイ (FeNi)
 8: アルミナ 9: パーマロイ 10: アルミナ 11: 銅

[Drawing 3]



[Drawing 4]



[Translation done.]

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号
特開2000-265159
(P2000-265159A)

(43) 公開日 平成12年9月26日 (2000. 9. 26)

(51) Int.Cl. ⁷	識別記号	F I	テマコード (参考)
C 0 9 K 3/14	5 5 0	C 0 9 K 3/14	5 5 0 C 3 C 0 5 8 5 5 0 Z 5 D 0 3 3
B 2 4 B 37/00		B 2 4 B 37/00	H 5 D 0 4 2
G 1 1 B 5/31		G 1 1 B 5/31	N
5/60		5/60	C
審査請求 未請求 請求項の数 5 O L (全 8 頁)			

(21) 出願番号 特願平11-68281

(22) 出願日 平成11年3月15日 (1999. 3. 15)

(71) 出願人 390027443

東京磁気印刷株式会社

東京都台東区台東1丁目5番1号

(71) 出願人 000003067

ティーディーケイ株式会社

東京都中央区日本橋1丁目13番1号

(72) 発明者 鈴木 康之

東京都台東区台東1丁目5番1号東京磁気
印刷株式会社内

(74) 代理人 100067817

弁理士 倉内 基弘 (外1名)

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 遊離砥粒研磨スラリー組成物

(57) 【要約】

【課題】 本発明は、硬度の異なる複数の異硬度材料から構成される複合材料間における研磨量の差、即ち選択研磨を生じることなく均一に削る加工工程で使用するのに適した遊離砥粒研磨スラリー組成物に関する。

【解決手段】 本発明の主題は、異硬度材料が混在する複合材料を研磨するための遊離砥粒研磨スラリー組成物であって、研磨剤粒子、耐摩耗剤（含硫有機モリブデンを除く。）及び分散媒を含む遊離砥粒研磨スラリー組成物、更に界面活性剤、高分子系表面改質剤及びカップリング剤から成る群から選択される少なくとも一種を含む前記組成物、前記耐摩耗剤がその分子鎖中にイオウ又はリンを含有する前記組成物、並びに前記耐摩耗剤の添加量が0.1重量%以上である前記組成物である。

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 異硬度材料が混在する複合材料を研磨するための遊離砥粒研磨スラリー組成物であって、研磨剤粒子、耐摩耗剤（含硫有機モリブデンを除く。）及び分散媒を含む遊離砥粒研磨スラリー組成物。

【請求項 2】 更に界面活性剤、高分子系表面改質剤及びカップリング剤から成る群から選択される少なくとも一種を含む請求項 1 に記載の組成物。

【請求項 3】 前記耐摩耗剤がその分子鎖中にイオウ又はリンを含有する請求項 1 又は 2 に記載の組成物。

【請求項 4】 前記耐摩耗剤の添加量が 0.1 重量%以上である請求項 1～3 のいずれか一項に記載の組成物。

【請求項 5】 薄膜磁気ヘッドのエアベアリング面となる面の研磨加工を行う工程を含む薄膜磁気ヘッドの製造方法であって、前記研磨加工が請求項 1～4 のいずれか一項に記載の遊離砥粒研磨スラリー組成物を用いる薄膜磁気ヘッドの研磨方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、硬度の異なる複数の異硬度材料から構成される複合材料間における研磨量の差、即ち選択研磨を生じることなく均一に削る加工工程で使用するのに適した遊離砥粒研磨スラリー組成物に関する。

【0002】

【従来の技術】 近年、光学部品、電子部品や精密機器部品などに対して、ますます高機能化、高性能化が要求されてきており、使われている材料も、金属結晶材料、セラミックス、ガラス、プラスチックと非常に多岐にわたっている。そのため硬度の異なる複数の材料から構成される部品の研磨用途が多くなってきている。このような複合材料の研磨加工の一例として、電子部品に関しては LSI の多層配線工程における配線金属と層間絶縁膜との均一加工や光学部品では光ファイバコネクタの端面研磨などが挙げられる。

【0003】 またコンピュータの記録媒体であるハードディスクドライブは年々その記録密度の向上が計られており、高記録密度を達成する一つ的手段として、ハードディスクと磁気ヘッドの浮上隙間を狭め、ディスク/ヘッド間のスペーシングを低減させる、所謂ヘッドの低浮上化が試みられている。ハードディスクドライブに搭載されている磁気ヘッドは薄膜型磁気ヘッドが主流であり、アルティック (Al₂O₃-TiC) などの基材となるセラミックスとパーマロイ (Fe-Ni)、センダスト (Fe-Al-Si) などの磁性材料である金属膜等による複合材料で構成されている (図 2)。

【0004】 また現在浮上型磁気ヘッドは一般的に以下のような工程で製造されている：

1. バーの切り出し工程（このバーは図 1 に示すように多数の磁気交換素子がマトリックス状に形成されたウエ

ハを切断したものであり、複数のスライダーが列状に配列されている。）, 2. バーを加工治具に接着する工程（図 3 参照）、3. バーのラッピング処理（図 4 参照、ラッピング処理とは、図 4 に示すように錫等を主材料とした定盤を回転させこの上に被研磨物をおいて、遊離砥粒研磨スラリー組成物等を供給しながら行う、スライダーの ABS の研磨加工をいう。）,

4. 加工治具からバーを剥離する工程、5. レールエッチング工程、及び 6. バーをスライダーに切断分離する工程。

これらの工程の中で、この発明は 3. バーのラッピング処理における研磨に関する。

【0005】 従来の遊離砥粒研磨スラリー組成物を用いて、セラミックスと金属膜との複合材料である薄膜磁気ヘッドの ABS の研磨加工を行う場合、材料間の硬度の違いにより、磁極部に使用されている軟質材料であるパーマロイやセンダストなどの金属膜が選択的に加工され、段差が発生するものがほとんどであった。このパーマロイやセンダストなどの金属膜によって構成されている磁極部材料の選択研磨は、セラミックスからなる ABS より磁極部などの金属膜を後退させることになり、記録媒体との磁気間隔を増大させる所謂ポールチップリセッション (Pole Tip Recession: PTR) が発生し、実質的なヘッドの浮上量を増大させてしまうものである。

【0006】 従来、異硬度材料が混在する複合材料を研磨するために潤滑剤が用いられてきたが、この潤滑剤は被研磨物に対する潤滑効果の作用機構から一般的に 1) ステアリン酸、オレイン酸などの脂肪酸である油性剤、2) リン酸エステル、Zn-DTP などの耐摩耗剤、3) 有機 Mo 化合物などの極圧添加剤の 3 つに大別されている。このうち、耐摩耗剤は、油性剤では潤滑効果が消失する様な過酷な研磨条件においても、その効果が維持するために摩擦を低減する。低～高荷重、高温条件では摩擦表面とのトライボケミカル反応による潤滑膜を形成して摩擦を低減する（広中清一郎；潤滑油添加剤の作用機構、塑性加工シンポジウム、33-43、1994、R. J. ハートレイら；耐摩耗剤・極圧剤、トライボロジスト、326-331、1995）。

【0007】 この様な耐摩耗剤のうち、分子鎖に硫黄を含む化合物は摩擦面で発生する摩擦熱によって分解し、被研磨物との間に硫化物から成る無機質の被膜を形成し、潤滑特性を維持する。同様に分子鎖にリンを含む耐摩耗剤は摩擦面で発生する摩擦熱によって分解して被研磨物との間にリン化合物またはリン酸化合物から成る無機質の被膜を形成する。リンを含む化合物の中でも、亜リン酸エステル系は摩擦熱によって加水分解し、無機質の被膜を形成すると考えられている。（大森俊英ら；リン系極圧添加剤の鉄表面における吸着と反応（第 2 報）、トライボロジスト、188-194、1990）。

【0008】硫黄及びリンを両方含む化合物もそれぞれ単独に含有する化合物と同様な効果がある（益子正文；潤滑剤の化学と物理、トライボロジーにおける基礎と応用、15-34、1996）。これらの無機質の被膜は被研磨物と化学吸着しているために、有機分子の物理吸着に比べて吸着力が強く高温まで安定に存在する。無機質の被膜を除去するには大きなエネルギーが必要であるために、無機質の被膜を除去する程の過酷な研磨条件でない限り、被研磨物に対する潤滑効果が維持されることが知られている（桜井俊男；潤滑と摩耗の化学、潤滑、635-642、1982）。

【0009】また耐摩耗剤として含硫有機モリブデンが研究されており（P.C.H. Mitchell “Oil Soluble Mo-S Compounds as Lubricant additive” Wear, 100 (1984) 281-300、岡部平八朗編 “石油製品添加剤の開発と最新技術” シーエムシー（1998）p99～106等）、含硫有機モリブデンは異硬度材料が混在する複合材料を研磨するための潤滑剤として検討されている（特願平10-255022）。この様に耐摩耗剤の効果は広く一般に知られているが、これらの耐摩耗剤は従来、機械部品、例えば、ギヤやタービン等のしゅう動面の摩擦を低減させる用途に用いられている。従来、異硬度材料から構成される薄膜型磁気ヘッド等の複合材料の研磨に加わる荷重はギヤなどのしゅう動面に加わる荷重よりもはるかに低い。従って、耐摩耗剤を用いなくとも、複合材料の研磨面を加工することが可能であったが、均一加工は出来なかった。従って、本発明の様に耐摩耗剤を遊離砥粒スラリー組成物に添加し、異硬度材料から構成される複合材料の選択研磨防止に成功裏に応用されていない。

【0010】

【発明が解決しようとする課題】本発明の目的は、異硬度材料が混在する複合材料を、異硬度材料間における研磨量の差、即ち選択研磨を生じることなく均一に削る加工工程で使用するのに適した遊離砥粒研磨スラリー組成物を提供することである。また薄膜型磁気ヘッドの研磨加工において薄膜型磁気ヘッドのABS面をスクラッチを発生することなく均一に加工する遊離砥粒研磨スラリー組成物及びそれを用いた研磨方法を提供することである。

【0011】

【課題を解決するための手段】本発明の主題は、異硬度材料が混在する複合材料を研磨するための遊離砥粒研磨スラリー組成物であって、研磨剤粒子、耐摩耗剤（含硫有機モリブデンを除く。）及び分散媒を含む遊離砥粒研磨スラリー組成物、更に界面活性剤、高分子系表面改質剤及びカップリング剤から成る群から選択される少なくとも一種を含む前記組成物、前記耐摩耗剤がその分子鎖中にイオウ又はリンを含有する前記組成物、並びに前記耐摩耗剤の添加量が0.1重量%以上である前記組成物である。更に本発明の主題は、薄膜磁気ヘッドのエアベ

アリング面となる面の研磨加工を行う工程を含む薄膜磁気ヘッドの製造方法であって、前記研磨加工が前記遊離砥粒研磨スラリー組成物を用いる薄膜磁気ヘッドの研磨方法である。

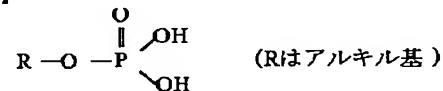
【0012】このような遊離砥粒研磨スラリー組成物を使用することにより、異硬度材料が混在する複合材料を研磨する段階で、固体接触が発生している部分の比率を低下させ、選択的に硬度の低い被研磨物表面の摩擦係数を下げることになる。つまり加工除去されやすい硬度の低い材質の除去量を小さくすることにより、異硬度材料間における研磨量の差を生じることなく均一に加工することが可能になる。

【0013】

【発明の実施の形態】本発明のスラリーは、研磨剤粒子、耐摩耗剤及び分散媒を含む遊離砥粒研磨スラリー組成物である。各成分について以下説明する。耐摩耗剤は遊離砥粒スラリーの研磨性能を向上させる効果を有し、特に、硫黄及びリン単独若しくは両方を含有する耐摩耗剤は境界潤滑における摩擦特性を改善する。具体的には、低～中荷重、高温条件で摩擦表面とのトライボケミカル反応による潤滑膜を形成し、摩擦を低減する。

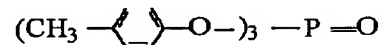
【0014】この耐摩耗剤にはリン酸エステル、金属ジチオリン酸塩、リン酸エステルアミン塩及び硫黄系化合物がある。リン酸エステルとしては、式

【化1】



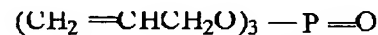
で表されるリン酸エステル、式

【化2】



で表されるリン酸トリクレジル（TCP）、亜リン酸トリクレジル（TCPi）、リン酸トリフェニル（TPP）、リン酸ジフェニル（DPP）、亜リン酸トリフェニル（TPPi）、亜リン酸ジフェニル（DPPi）、リン酸クレジルジフェニル（CDP）、式

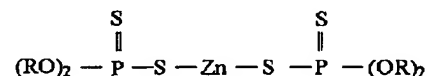
【化3】



で表されるリン酸トリアリル、リン酸トリオレイル、モリブデンリン酸エステルがあり、リン酸エステル（上式のRはアルキル基）、リン酸トリクレジル及びリン酸トリアリルが好ましい。

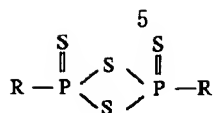
【0015】金属ジチオリン酸塩としては、式

【化4】

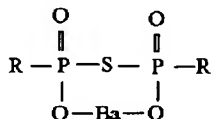


で表されるジチオリン酸亜鉛（Zn-DTP）、式

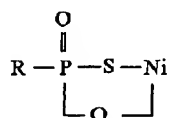
【化5】



で表されるリン硫化ポリオレフィン、式
【化6】

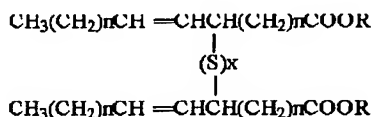


で表されるバリウムチオピロホスフェート、式
【化7】



で表されるニッケルチオホスフェート、ジチオリン酸ニッケル(Ni-DTP)、ジチオリン酸コバルト(Co-DTP)などがあり、ジチオリン酸亜鉛(Zn-DTP)、リン硫化ポリオレフィン、バリウムチオピロホスフェート、ニッケルチオホスフェートが好ましい。

【0016】硫黄系化合物としては式
【化8】



で表される硫化脂肪酸エステル、硫化イソブチレン、硫化スパーム油、硫化テルペン、硫化抹香油、ジフェニルモノサルファイド(DPMS)、ジフェニルジサルファイド(DPDS)などがあり、硫化脂肪酸エステルが好ましい。これら耐摩耗剤の中で、リン酸エステル及び金属ジチオリン酸塩が好ましく、特にジチオリン酸亜鉛、リン酸エステル(上式のRはアルキル基)、リン酸トリクレジル及びリン酸トリアリルがより好ましい。

【0017】これらの耐摩耗剤は被研磨物との間に無機質の被膜を形成するために、高荷重、高温条件下でも摩耗や焼付きを防ぐ効果がある。これらの耐摩耗剤は、所望の研磨特性に合わせて単体でも、2種以上の混合でも使用することが出来る。耐摩耗剤の濃度は0.1wt%以上、好ましくは0.5wt%以上、より好ましくは1.0wt%以上である。0.1wt%より低濃度では被研磨物に作用する添加剤が少なく、複数の異硬度材料を均一に研磨することは難しい。

【0018】本発明で用いる分散媒は、耐摩耗剤を溶解する溶媒であれば限定されないが、薄膜型磁気ヘッドに用いる場合には構成材料であるパーマロイ及びセンダストなどの金属膜が一般的に水に対して弱く腐食や錆を発生するので分散媒として非水系溶媒を用いることが望ましく、更に極性の弱い非極性溶媒を用いることが望ましい。ここで、分散媒の極性とは普通に使用される意味で

溶媒分子内の原子とその結合の種類、原子配列とその位置などによって分子内に生じる双極子に基づく性質である。この極性の大きさは相互作用する分子の極性によって相対的に決まるものである。溶媒の極性は、定性的に、Hildebrandの溶解性パラメーター(sp値)δ値で表される。この値δが大きい程極性が大きく、小さいものほど極性は小さい。このδ値は、更に分散、極性による配向及び水素結合などの分子間相互作用によっていくつかに分けられるが、これらの値は、その溶媒がどのような化合物を良く溶かすかという、化合物に対する溶解の選択性を決定するものである。

【0019】本発明の遊離砥粒研磨スラリー研磨液の分散媒に適した有機溶媒は、このδ値が低いものが望ましい。これは、極性成分が増加することにより分散媒の臭気が問題になったり、分散媒自体が人体や被研磨物に対して悪影響を与えるからである。さらに本発明では、研磨加工中の研磨スラリーの蒸発を無くし、安定な研磨加工を行うために分散媒の蒸発速度が遅い溶媒が適している。これは、蒸発速度の速い分散媒は研磨作業中に分散媒が蒸発してしまい、安定な研磨加工が困難になるからである。これらのことから、本発明に用いる分散媒は溶解性パラメーターsp値が10.0以下、好ましくは8.0以下、相対速度が5.0以下、より好ましくは2.0以下のものが適している。これらの分散媒としては例えば、エクソン化学(株)製、無臭イソパラフィン系溶媒：アイソパーシリーズや低臭ナフテン系溶媒：EXXSOLシリーズ、モービル化学製n-パラフィン系溶媒：ホワイトレックスシリーズおよび工業用脂肪族系溶媒であるペガソール、ペガホホワイト、サートレックスなどがある。

【0020】本発明に用いられる研磨材粒子は、研磨加工一般に用いられるものであれば特に限定されことなく使用することが出来る。具体的には、ダイヤモンド、アルミナ、シリコンカーバイド、酸化セリウム、酸化ケイ素、酸化鉄などが挙げられる。研磨材粒子は、被研磨物の硬度や複合材料種、研磨除去量および研磨仕上げ面精度などによって任意に設定することが可能であるが、薄膜磁気ヘッドのラッピング加工の場合、呼称粒度が0~1/10μm、0~1/8μmおよび0~1/4μmなど1μm以下、より好ましくは0.5μm以下のダイヤモンド微粒子研磨材が一般的に使用されている。また、研磨材粒子のスラリー組成物中における濃度は0.01~1.0重量%程度、好ましくは0.05~0.4重量%程度が一般的であり、研磨能率や研磨精度を考慮し調製させる必要がある。

【0021】粉体の状態から安定な分散系を作るには、固/液界面でのぬれ性が良くなければならない。ここでぬれ性とは、液体が固体表面から気体を押しのける現象を言うが、乾燥した粉体の表面には空気が強く吸着しているため、これを液体で置換する必要がある。また、ぬ

れ性を良くするには、固／液の化学的親和性を強めればよく、親和性は両者の極性や化学構造に近いものほど大きくなる。研磨材粒子に用いられる粒子表面には、表面水酸基などの極性官能基が存在するため親水性を示し水のような δ 値の高い極性溶媒中ではぬれ性が良いため容易に分散させることが可能である。しかし、本発明で用いる分散媒は、非極性溶媒であるため、親水性粒子である研磨材を非極性溶媒中に均一に分散させるには、粒子表面と分散媒との親和性を高めなければならず、疎水化処理を施す必要がある。

【0022】粒子表面を疎水化処理するために、本発明の遊離砥粒研磨スラリー組成物に界面活性剤、高分子系表面改質剤、カップリング剤などの表面改質剤を添加してもよい。界面活性剤を用いる方法は、界面活性剤が分子中に疎水性の長い炭化水素鎖と末端に強い極性基（＝親水基）を持つ両親媒性物質であることを利用している。親水性である粒子表面と界面活性剤の極性基との相互作用により疎水性である炭化水素鎖を外側に向けて吸着するため、全体的に見ると粒子の表面性は親水性から疎水性に変化し、非極性溶媒中で沈降することなく安定に存在することが可能となる。

【0023】本発明に界面活性剤を使用する場合は、その界面活性剤は非極性溶媒に溶解するものでなければならず、そのような界面活性剤は、その分子骨格中に二重結合や三重結合を有するか、又は分岐が存在するものが一般的である。磁気ヘッドの磁性部に対して腐食などを引き起こしうるイオン性界面活性剤を用いるより、好ましくは非イオン性界面活性剤を用いることが望ましい。そのような界面活性剤としては、例えばソルビタン脂肪酸エステル系であるモノオレイン酸ソルビタン、セスキオレイン酸ソルビタン、トリオレイン酸ソルビタン、グリセリンエステル系としてはペンタオレイン酸デカグリセリル、ペンタインステアリン酸デカグリセリル、トリオレイン酸デカグリセリル、ペンタオレイン酸ヘキサグリセリル、モノイソステアリン酸グリセリル、モノイソステアリン酸ジグリセリルなど、ポリオキシエチレンソルビット脂肪酸エステル系であるテトラオレイン酸ポリオキシエチレンソルビット、ポリエチレングリコール脂肪酸エステル系であるモノオレイン酸ポリエチレングリコール 2EO、6EO、ポリオキシエチレンアルキルエーテル系である POE (2) オレイルエーテル、POE (3) 2級アルキルエーテルなどがある。

【0024】本発明に使用される界面活性剤濃度は、粒子に飽和吸着を起こす濃度以上であれば良く、使用する研磨材粒子の表面性および界面活性剤により変化するが、0.01重量%以上が好ましい。また一般的に50重量%以下で用いられる。これは、非極性溶媒中では水系に比べ、一層目での界面活性剤の吸着量は小さいため、界面活性剤同士が疎水－疎水相互作用を利用し二層吸着することは困難となり、水系のように界面活性剤の

添加濃度とともに表面性が変化することがないためである。

【0025】高分子系表面改質剤には、ポリマーの一端が界面に強く吸着し、その他の部分が溶媒中に伸長する、ポリ(2-ビニルピリジン)-ポリスチレン(PVPy-PS)やポリ(2-ビニルピリジン)-ポリイソブレン(PVPy-PIB)等のポリマーブラシが挙げられる。これらは粒子表面に吸着し厚い吸着層を形成する。この厚い吸着層によって、粒子同士の接近を立体障害的に防止することを利用している。

【0026】またカップリング剤には、ビニルトリクロシラン、ビニルトリス(β -メトキシエトキシ)シラン、ビニルトリエトキシシラン、ビニルトリメトキシシラン、 γ -(メタクリロキシプロピル9トリメトキシシラン、 β -(3, 4-エポキシシクロヘキシル)エチルトリメトキシシラン、 γ -グリシドキシプロピルトリメトキシシラン、 γ -グリシドキシプロピルメチルジエトキシシラン、N- β -(アミノエチル) γ -アミノプロピルトリメトキシシラン、N- β -(アミノエチル) γ -アミノプロピルメチルジメトキシシラン、 γ -アミノプロピルトリエトキシシラン、N-フェニル γ -アミノプロピルトリメトキシシラン、 γ -メルカプトプロピルトリメトキシシラン、 γ -クロロプロピルトリメトキシシラン等のシランカップリング剤、イソプロピルトリイソステアロイルチタネート、イソプロピルトリドデシルベンゼンスルホンチタネート、イソプロピルトリス(ジオクチルパイロホスフェート)チタネート、テトライソプロピルビス(ジオクチルホスファイト)チタネート、テトラオクチルビス(ジトリデシルホスファイト)チタネート、テトラ(2, 2-ジアリルオキシメチル-1-ブチル)ビス(ジトリデシル)ホスファイトチタネート、ビス(ジオクチルパイロホスフェート)オキシアセテートチタネート(味の素株式会社製プレニアクトKR138S)、ビス(ジオクチルパイロホスフェート)オエチレンチタネート、イソプロピルトリオクタノイルチタネート、イソプロピルジメタクリルイソステアロイルチタネート、イソプロピルイソステアロイルジアクリルチタネート、イソプロピルトリ(ジオクチルホスフェート)チタネート、イソプロピルトリクミルフェニルチタネート、イソプロピルトリ(N-アミドエチルアミノエチル)チタネート、ジクミルフェニルオキシアセテートチタネート、ジイソステアロイルエチレンチタネート等のチタネート系カップリング剤、アセトアルコキシアルミニウムジイソプロピレート(味の素株式会社製プレニアクトA1-M)や、アセトアルコキシジイソプロピレート、イソブチロキシド、2-オクタデシロキシド、2-エチルヘキシルイソプロボキシド等の有機アルミニウム系カップリング剤などが挙げられる。本発明に使用される高分子系表面改質剤やカップリング剤の濃度は、使用する研磨材粒子の表面性等により変化するが、0.01

重量%以上が好ましい。また一般的に50重量%以下で用いられる。これらを用いる方法では、粒子表面にある表面官能基と表面改質剤を化学反応により結合させ粒子の表面性を親水性から疎水性へと変化させることを利用している。疎水化処理は上記の方法に限定されることなく、親水性である研磨剤粒子を非極性溶媒中に均一に分散させる疎水化処理であるならいかなる処理でも用いてもよい。

【0027】本発明の遊離砥粒研磨スラリー組成物の製造方法は、一般的な遊離砥粒研磨スラリー組成物の製造方法が適用出来る。即ち、分散媒に界面活性剤を適量溶解し研磨材粒子を適量混合する。この状態では研磨材粒子は親水性であるために非極性溶媒中では凝集状態で存在している。そこで、凝集した研磨材粒子を一次粒子に解砕するために粒子の分散を実施する。分散工程では一般的な分散方法および分散装置を用いることが出来る。具体的には、例えば超音波分散機、各種ビーズミル分散機、ニーダー、ボールミルなどが適用できる。分散装置の使用によって、粒子が一次粒子まで解砕され現れた表面に界面活性剤が吸着しぬれ性を改善することにより凝集することなく分散安定性が良好なスラリーを調製することが可能となる。

【0028】この発明の被研磨物は、主にHv硬度が26~360の軟材料とHv硬度が700~4000の異硬度材料が混在する複合材料である。ここに含まれる軟材料と硬材料はそれぞれ種類又は複数であってもよい。この軟材料は特に金属であり、例えばTi(Hv硬度:60)、Pb(Hv硬度:37)、Ag(Hv硬度:26)、W(Hv硬度:360)、V(Hv硬度:55)、Nb(Hv硬度:80)、Ta(Hv硬度:355)、Pd(Hv硬度:38)、Cr(Hv硬度:130)、Ru(Hv硬度:350)、Cu(Hv硬度:117)、Pt(Hv硬度:39)、Mo(Hv硬度:160)、Th(Hv硬度:38)、Ni(Hv硬度:60)、センダスト(Fe-Al-Si、Hv硬度:600)、パーマロイ(Fe-Ni、Hv硬度:200)、アルミニウム(Hv硬度:200)が挙げられる。硬材料はセラミックス、ガラス等であり、例えば、石英ガラス(Hv硬度:620)、アルティック(Al₂O₃-TiC、Hv硬度:2500)、TiC(Hv硬度:3200)、AlN(Hv硬度:1370)、Si₃N₄(Hv硬度:2160)、ZrO₂(Hv硬度:700)、cBN(Hv硬度:4000)、SiO₂(Hv硬度:620)、SiC(Hv硬度:2400)、hBN(Hv硬度:4700)、AlTiC(Hv硬度:2500)、Al₂O₃(Hv硬度:2000)、Si₃N₄(Hv硬度:2160)、AlN(Hv硬度:1370)、MgO(Hv硬度:920)、B₄C(Hv硬度:3200)、Ta₄N(Hv硬度:1080)が挙げられる。また特に、被研磨物が薄膜磁気ヘッドの場合には、この被研磨物は例えば図2に示すようなアルティッ

ク、センダスト、パーマロイ、アルミナ等の異硬度材料が混在する構造になる。

【0029】ハードピッカース硬度(Hv硬度)の測定法はJIS Z2251に規定されている。具体的には、対面角が136°のダイヤモンド正四角錐圧子を用い、試験片にくぼみを付けた時の試験荷重とくぼみの対角線長さから求めた表面積とから、次式を用いて算出する。

【数1】

$$HV=0.102(F/S)=0.102 \cdot (2F \sin \theta / 2) / d^2 = 0.18909F / d^2$$

ここで、HVはHv硬度、Fは試験荷重(N)、Sはくぼみの表面積、Dはくぼみの対角線の長さの平均(mm)、θはダイヤモンド圧子の対面角を表わす。なお、Hv硬度の試験機はJIS B7725に、硬度の基準となる基準片は鋼製(JIS G4401、JIS G4805)、黄銅製(JIS H3100)、銅製(JIS H3100)とそれぞれ定められている。また、基準片の使用範囲の表面粗さはJIS B0601(表面粗さ)により0.1sの鏡面、基準片の表面および裏面の平行度はJIS B0621(形状および位置の精度の定義および表示)により、50mm当たり0.02mm以下と定められている。

【0030】

【実施例】実施例1~8、比較例1~3

本実施例では、アルティック、センダスト及びパーマロイによって構成される薄膜型磁気ヘッドを研磨加工する際の潤滑剤の添加効果について検討した。本実施例に用いた遊離砥粒研磨スラリー組成物の組成を表1に示す。分散媒として非極性溶媒であるアイソパーMを用い、界面活性剤として非イオン性界面活性剤であるモノオレイン酸ソルビタン(花王(株)製、SP-010)を用いた。

【0031】潤滑剤(耐摩耗剤)としてジチオリン酸亜鉛(旭電化工業、Z-112)、リン硫化ポリオレフィン(日本油脂、ADDITIN)、バリウムチオピロホスフェート(日本ルーブリゾール、LUBRIZOL)、ニッケルチオホスフェート(チバ・スペシャルティ・ケミカル、イルグループ)、リン酸トリクレジル(関東化学(試薬))、リン酸トリアリル(関東化学(試薬))、リン酸エステル(東邦化学工業、PHOSPHANOL)、硫化脂肪酸エステル(大日本インキ化学、Mobiladce DO)を用いた。また比較のため、潤滑剤(耐摩耗剤)を使用していないスラリーと、潤滑剤として油性剤であるオレイン酸(和光純薬(試薬))及びマカデミアナッツ油(日光ケミカルス(試薬))を添加したスラリーについても同様の試験を行った。

【0032】研磨実験には、日本エンギス(株)製、自動精密ラッピングマシンHYPEREZ EJ-3801N型を用いた。研磨条件はラップ盤に錫/鉛定盤、定盤回転速度60rpm、スラリー研磨液供給量を30秒間隔に3秒間噴霧、加工荷重1300g/cm²、加工時間30分間とした。研磨特性の評価は研磨加工後の薄膜磁気型ヘッドのアルミナチタンカーバイド/金属膜

間の段差、つまりポールチップリセッション値（PTR値）を走査型プローブ顕微鏡（AFM）によって測定した。このPTR値は、要求性能によっても異なるが一般的に約10nm以下、特に5nm以下が良好と考えられ*

* ている。また、スクラッチの評価は、AFMおよび微分干渉光学顕微鏡を用いた。試験結果を表1にまとめる。

【0033】

【表1】

組成 (重量%)	実施例1	実施例2	実施例3	実施例4	実施例5	実施例6	実施例7	実施例8	比較例1	比較例2	比較例3
ダイヤモンド研磨剤	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1
界面活性剤 (SP-010)	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0
リン酸化ポリオレフィン	10.0	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
ジチオリン酸亜鉛	-	10.0	-	-	-	-	-	-	-	-	-
バリウムチオピロホスフェート	-	-	10.0	-	-	-	-	-	-	-	-
ニッケルチオホスフェート	-	-	-	10.0	-	-	-	-	-	-	-
リン酸エステル	-	-	-	-	10.0	-	-	-	-	-	-
リン酸トリクレジル	-	-	-	-	-	10.0	-	-	-	-	-
リン酸トリアリル	-	-	-	-	-	-	10.0	-	-	-	-
硫化脂肪酸エステル	-	-	-	-	-	-	-	10.0	-	-	-
オレイン酸	-	-	-	-	-	-	-	-	10.0	-	-
マカデミアナッツ油	-	-	-	-	-	-	-	-	-	10.0	-
分散媒 (アイソパーM)	88.9	88.9	88.9	88.9	88.9	88.9	88.9	88.9	88.9	88.9	88.9
スクラッチ評価	良好	良好	良好	良好	良好	良好	良好	良好	良好	不可	不可
PTR値 (nm)	3.97	3.40	3.93	4.01	3.82	4.00	4.12	3.97	5.98	6.67	10.64

本実施例の結果から、硫黄及び／又はリンを含む耐摩耗剤を用いて研磨した薄膜型磁気ヘッドのPTR値はいずれも比較例であるオレイン酸、マカデミアナッツ及び無添加を用いたときよりも低くなり、硬度の異なる複合材料から構成される薄膜型磁気ヘッドをより均一に研磨できた。

【0034】実施例9

添加量 (wt%)	0.001	0.005	0.01	0.05	0.075	0.1	0.5	1	5	10	50	80
PTR (nm)	10.50	9.23	7.73	5.11	4.02	3.82	3.83	3.79	3.85	3.82	3.77	3.81

【0036】実施例の結果から、硫黄及びリンを両方含有する耐摩耗剤を0.075wt%添加することによって、PTR値が5nm以下になり良好であった。また、耐摩耗剤の添加量を0.1wt%以上にすることによってPTR値が安定した。このことから、添加量が0.1wt%以上であれば、異硬度材料から構成される複合材料を均一に加工することが出来た。

【0037】

【発明の効果】これらの実施例の結果から、遊離砥粒スラリー組成物中に硫黄及びリンを単独若しくは両方含有する耐摩耗剤を0.1wt%以上添加することにより、硬度の異なる複合材料を材料間の硬度差によって発生する軟質材料の選択研磨を防止した均一な研磨加工が可能になった。以上、本発明では主として異硬度材料からなる薄膜磁気ヘッドの研磨加工について述べたが、本発明の遊離砥粒研磨スラリー組成物の用途はこれにとどまるものでなく異なる硬度の材料で構成される複合材料の選択研磨

※ 本実施例は、遊離砥粒研磨スラリー組成物中の耐摩耗剤の有効添加量について評価した。耐摩耗剤としてジチオリン酸亜鉛を用いてその添加量を変化させた。磨耗試験についても実施例1と同様に行った。用いたスラリーの処方及び結果を表2に示す。

【0035】

【表2】

添加量 (wt%)	0.001	0.005	0.01	0.05	0.075	0.1	0.5	1	5	10	50	80
PTR (nm)	10.50	9.23	7.73	5.11	4.02	3.82	3.83	3.79	3.85	3.82	3.77	3.81

の防止に広く応用できるものである。

【図面の簡単な説明】

【図1】被研磨物が磁気ヘッド素子の場合の、ウェハから切り出されたバーを示す。

【図2】磁気ヘッド素子の構成の一例を示す、図1のバーのA-A断面図である。

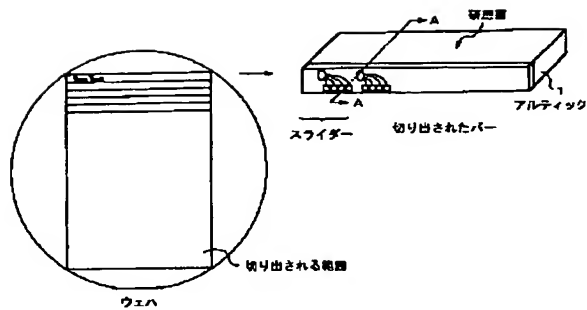
【図3】バーを加工治具に接着させた様子を示す斜視図である。

【図4】バーのラッピング処理の一例を示す斜視図である。

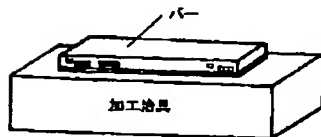
【符号の説明】

1. アルティック ($Al_2O_3 \cdot TiC$)
- 2、4、6、8、10 アルミナ (Al_2O_3)
- 3 センダスト (Fe-Al-Si)
- 5 MR素子
- 7、9 パーマロイ (Fe-Ni)
- 11 銅

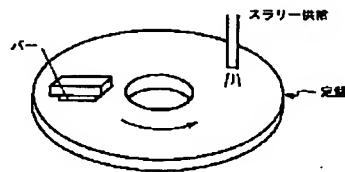
【図 1】



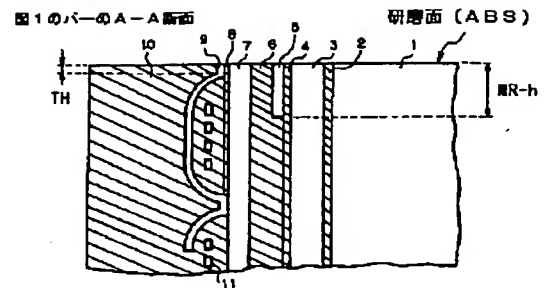
【図 3】



【図 4】



【図 2】



1: アルティック ($Al_2O_3-TiO_2$) 2: アルミナ (Al_2O_3) 3: センダスト ($FeAlSi$)
 4: アルミナ 5: MR 膜 6: アルミナ 7: パーマロイ ($FeNi$)
 8: アルミナ 9: パーマロイ 10: アルミナ 11: 銅

フロントページの続き

(72)発明者 賀来 智弘
 東京都台東区台東 1 丁目 5 番 1 号東京磁気
 印刷株式会社内
 (72)発明者 折井 一也
 東京都台東区台東 1 丁目 5 番 1 号東京磁気
 印刷株式会社内
 (72)発明者 藤田 恭敏
 東京都中央区日本橋一丁目13番 1 号ティー
 ディーケイ株式会社内

(72)発明者 山口 正雄
 東京都中央区日本橋一丁目13番 1 号ティー
 ディーケイ株式会社内
 (72)発明者 佐々木 正博
 東京都中央区日本橋一丁目13番 1 号ティー
 ディーケイ株式会社内
 Fターム(参考) 3C058 AA07 CB02 CB10 DA02 DA16
 5D033 DA01 DA11
 5D042 NA02 PA08 RA02